

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2000-309637  
(P2000-309637A)

(43) 公開日 平成12年11月7日 (2000.11.7)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード <sup>*</sup> (参考)
C 0 8 J 3/20	C E S	C 0 8 J 3/20	C E S Z
B 2 9 C 47/40		B 2 9 C 47/40	
47/50		47/50	
C 0 8 J 3/24	C E S	C 0 8 J 3/24	C E S Z
C 0 8 L 21/00		C 0 8 L 21/00	

審査請求 未請求 請求項の数15 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-44120(P2000-44120)

(22) 出願日 平成12年2月22日 (2000.2.22)

(31) 優先権主張番号 特願平11-44824

(32) 優先日 平成11年2月23日 (1999.2.23)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 森口 剛志

千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 重松 広信

千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内

(72) 発明者 古峰 登

千葉県市原市姉崎海岸5の1 住友化学工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

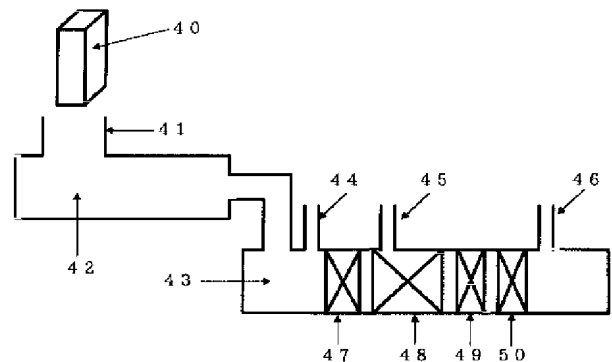
弁理士 久保山 隆 (外2名)

(54) 【発明の名称】 熱可塑性エラストマー組成物の製造方法、熱可塑性エラストマー組成物および自動車内装部品

## (57) 【要約】

【課題】 組成比の均一な熱可塑性エラストマー組成物を効率よく製造する方法、および耐フォギング性に優れた熱可塑性エラストマー組成物を提供すること。

【解決手段】 ゴムと熱可塑性樹脂とを別々の供給口から押出機に供給して熔融混練する熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。該熱可塑性エラストマー組成物の製造方法で製造される熱可塑性エラストマー組成物、およびISO6452の規定に準じた装置を用い、加熱温度を100℃とし、加熱時間20時間後に測定したガラス板のヘイズが2%以下である熱可塑性エラストマー組成物。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 ゴムと熱可塑性樹脂とを別々の供給口から押出機に供給して熔融混練する熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項2】 ゴムが、体積が $27\text{ cm}^3$  以上のブロック状ゴムである請求項1記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項3】 押出機に供給したブロック状ゴムを破碎および／または軟化させたのちに熱可塑性樹脂と熔融混練する請求項2記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項4】 ブロック状ゴムを異方向に回転する2本のスクリュウの隙間に噛み込ませることにより、ブロック状ゴムを押出機に供給する請求項2または3記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項5】 ブロック状ゴムが、略直方体状ゴムであり、該略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが2本のスクリュウの軸間距離より短いブロック状ゴムである請求項4記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項6】 ブロック状ゴムが、略直方体状ゴムであり、該略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さがスクリュウのリードより短いブロック状ゴムである請求項4または5記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項7】 熔融混練が、熔融混練しながら動的架橋させる熔融混練である請求項1～6のいずれかに記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項8】 ゴムが、オレフィン共重合体ゴムである請求項1～7のいずれかに記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項9】 熱可塑性樹脂が、オレフィン重合体樹脂である請求項1～8のいずれかに記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法。

【請求項10】 請求項1～9のいずれかに記載の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法で製造される熱可塑性エラストマー組成物。

【請求項11】 ISO6452の規定に準じた装置を用い、加熱温度を $100^\circ\text{C}$ とし、加熱時間20時間後に測定したガラス板のヘイズが2%以下である熱可塑性エラストマー組成物。

【請求項12】 熱可塑性エラストマー組成物が、ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練して得られる熱可塑性エラストマー組成物である請求項11記載の熱可塑性エラストマー組成物。

【請求項13】 ゴムが、オレフィン共重合体ゴムである請求項12記載の熱可塑性エラストマー組成物。

【請求項14】 熱可塑性樹脂が、オレフィン重合体樹脂である請求項12または13記載の熱可塑性エラストマー組成物。

【請求項15】 請求項10～14のいずれかに記載の熱可塑性エラストマー組成物からなる自動車内装部品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、押出機でゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練し、熱可塑性エラストマー組成物を製造する方法、および熱可塑性エラストマー組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 熱可塑性エラストマー組成物は、加硫工程が不要であって、通常の熱可塑性樹脂用の成形機で加工することができるという特徴を生かして、自動車部品、家電部品および雑貨を初めとする広い分野において用途が開発されてきている。かかる熱可塑性エラストマー組成物としては、オレフィン系熱可塑性エラストマー組成物やスチレン系熱可塑性エラストマー組成物などが知られている。前者としては、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂とを熔融混練して得られる非架橋タイプの組成物や、有機過酸化剤など架橋剤の存在下にオレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂とを熔融混練し動的に架橋することにより得られる架橋タイプの組成物が一般に知られている。また、後者としては、スチレン-ブタジエンブロックコポリマー、スチレン-イソプレンブロックコポリマーやこれらに水素添加したポリマーとオレフィン重合体樹脂との組成物が知られている。

【0003】 非架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物の製造方法としては、ゴムと熱可塑性樹脂とをバンバリーやニーダーで例示される密閉式混練機により混練を行う方法が知られている。ところが、この方法は、バンバリーやニーダーで例示される生産性の低いバッチ式混練機を使用するため、効率的な方法ではないという問題点を持っている。

【0004】 架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物の製造方法としては、ゴムと熱可塑性樹脂とをバンバリーやニーダーで例示される密閉式混練機により予め混練し、次いで、その混練物を造粒してペレット化した後、このペレットと架橋剤とを押出機で熔融混練して動的架橋を行う方法がある。ところが、この方法は、(1) 動的架橋に先立って、ゴムと熱可塑性樹脂を混練する工程が必要であり、(2) この工程に、バンバリーやニーダーで例示される生産性の低いバッチ方式の混練機を使用するため、煩雑かつ非効率的な方法であるという問題点を持っている。

【0005】 特開昭58-25340号公報や特開昭58-152023号公報には、粒子状オレフィン共重合体ゴムとペレット状オレフィン重合体樹脂との混合物を押出機へ供給し、該オレフィン共重合体ゴムと該オレフィン重合体樹脂を熔融混練して動的に架橋する方法が示されている。しかしながら、粒子状オレフィン共重合体

ゴムは互着性のため、ペレット程度の大きさのものは得られず、その結果、粒子状オレフィン共重合体ゴムは、オレフィン重合体樹脂のペレットより大きくなり、両者の混合物はホッパー内で分級し易く、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂との組成比が均一な熱可塑性エラストマー組成物を得ることが難しい。

【0006】熱可塑性エラストマー組成物は、優れた耐フォギング性が要求されるインストルメントパネル（ダッシュボード）に例示される自動車内装部品として汎用化されつつあるところ、上記の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法は、該組成物の製造に要する処理時間が長いために、処理中にゴムや樹脂の劣化が起こって揮発性低分子量化合物が副生し、その結果、優れた耐フォギング性を有する熱可塑性エラストマー組成物を得ることは困難であるという問題点を持っている。ここで、「耐フォギング性」とは、自動車の場合を例として説明すると、該組成物に含有される各種の揮発性低分子量化合物が、揮発して自動車の窓ガラスに付着することによって窓ガラスを曇らせ、その結果、乗員の視界を悪化させるという不都合を生じさせない性質を意味する。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】かかる状況下、本発明が解決しようとする課題は、組成比の均一な熱可塑性エラストマー組成物を効率よく製造する方法、および耐フォギング性に優れた熱可塑性エラストマー組成物を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】即ち本発明は、ゴムと熱可塑性樹脂とを別々の供給口から押出機に供給して溶融混練する熱可塑性エラストマー組成物の製造方法にかかるものである。また本発明は、該熱可塑性エラストマー組成物の製造方法で製造される熱可塑性エラストマー組成物、およびISO6452の規定に準じた装置を用い、加熱温度を100℃とし、加熱時間20時間後に測定したガラス板のヘイズが2%以下である熱可塑性エラストマー組成物にかかるものである。以下、本発明を詳細に説明する。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法は、用いるゴムに特に限定されるものではないが、互着性ゴムに好適に適用される。ここで、互着性ゴムとは、ゴムをペレット状にした場合、ペレット同士が付着し、ペレットが凝集した塊状となり、かつ、その塊が容易に崩れない性質を有するゴムを言う。

【0010】かかる互着性ゴムとしては、例えば、オレフィン共重合体ゴム、乳化重合スチレン-ブタジエンゴム、溶液重合スチレン-ブタジエンゴムなどのスチレン系ゴム、ポリイソブチレンゴム、ブタジエンゴム、天然ゴム、イソプレンゴム、アルフィンゴム、アクリロニトリル-ブタジエンゴム、フッ素ゴム、ビニルピリジンゴ

ム、シリコンゴム、ブタジエン-メチルメタクリレートゴム、アクリルゴム、エチレン-アクリルゴム、ウレタンゴム、エピクロルヒドリンゴム、ブチルゴム、クロロブチルゴム、ブromobutylゴムなどが挙げられる。本発明の製造方法は、これらの中でも、オレフィン共重合体ゴムに特に好適である。

【0011】上記の「オレフィン共重合体ゴム」とは、オレフィンから誘導される繰返し単位を該ゴム中に50モル%以上含有する無定型でランダムな弾性共重合体を意味する。オレフィン共重合体ゴムとして、炭素原子数3~20の $\alpha$ -オレフィンとエチレンとからなるグループから選ばれる2種類以上のモノマーの組み合わせを共重合して得られる共重合体を例示することができる。炭素原子数3~20の $\alpha$ -オレフィンとして、プロピレン、1-ブテン、1-ペンテン、1-ヘキセン、1-ヘプテン、1-オクテン、1-ノネン、1-デセン、1-ウンデセン、1-ドデセン、1-トリデセン、1-テトラデセン、1-ペンタデセン、1-ヘキサデセン、1-ヘプタデセン、1-オクタデセン、1-ナノデセンおよび1-エイコセンで例示される直鎖状の $\alpha$ -オレフィン；並びに、3-メチル-1-ブテン、3-メチル-1-ペンテン、4-メチル-1-ペンテン、2-エチル-1-ヘキセンおよび2, 2, 4-トリメチル-1-ペンテンで例示される分岐状の $\alpha$ -オレフィンを例示することができる。

【0012】上記の炭素原子数3~20の $\alpha$ -オレフィンとエチレンとからなるグループから選ばれる2種類以上のモノマーの組み合わせとして、エチレン/プロピレン、エチレン/1-ブテン、エチレン/1-ヘキセン、エチレン/1-オクテン、プロピレン/1-ブテン、プロピレン/1-ヘキセン、プロピレン/1-オクテン、エチレン/プロピレン/1-ブテン、エチレン/プロピレン/1-ヘキセン、エチレン/プロピレン/1-オクテン、プロピレン/1-ブテン/1-ヘキセン、プロピレン/1-ブテン/1-オクテン、プロピレン/1-ブテン/1-ヘキセン/1-オクテン、エチレン/プロピレン/1-ブテン/1-ヘキセン、エチレン/プロピレン/1-ブテン/1-オクテン、およびエチレン/プロピレン/1-ブテン/1-ヘキセン/1-オクテンなる組み合わせを例示することができる。

【0013】オレフィン共重合体ゴムは、炭素原子数3~20の $\alpha$ -オレフィンとエチレンとからなるグループから選ばれる2種類以上のモノマーと、非共役ポリエンとの共重合体であってもよい。非共役ポリエンとしては、脂肪族非共役ポリエン、脂環族非共役ポリエンおよび芳香族非共役ポリエン等があげられる。脂肪族非共役ポリエンとしては直鎖状脂肪族非共役ポリエンおよび分岐状脂肪族非共役ポリエンが含まれる。また、これらの非共役ポリエンは、その分子中の水素原子がハロゲン原子、アルコキシ基、アリール基、アリールオキシ基、ア

ラルキル基、アラルキルオキシ基等で置換されていてもよい。

【0014】脂肪族非共役ポリエンの具体例としては、1, 4-ヘキサジエン、1, 5-ヘキサジエン、1, 6-ヘプタジエン、1, 6-オクタジエン、1, 7-オクタジエン、1, 8-ノナジエン、1, 9-デカジエン、1, 13-テトラデカジエン、1, 5, 9-デカトリエン、3-メチル-1, 4-ヘキサジエン、4-メチル-1, 4-ヘキサジエン、5-メチル-1, 4-ヘキサジエン、4-エチル-1, 4-ヘキサジエン、3-メチル-1, 5-ヘキサジエン、3, 3-ジメチル-1, 4-ヘキサジエン、3, 4-ジメチル-1, 5-ヘキサジエン、5-メチル-1, 4-ヘプタジエン、5-エチル-1, 4-ヘプタジエン、5-メチル-1, 5-ヘプタジエン、6-メチル-1, 5-ヘプタジエン、5-エチル-1, 5-ヘプタジエン、3-メチル-1, 6-ヘプタジエン、4-メチル-1, 6-ヘプタジエン、4, 4-ジメチル-1, 6-ヘプタジエン、4-エチル-1, 6-ヘプタジエン、4-メチル-1, 4-オクタジエン、5-メチル-1, 4-オクタジエン、4-エチル-1, 4-オクタジエン、5-エチル-1, 4-オクタジエン、5-メチル-1, 5-オクタジエン、6-メチル-1, 5-オクタジエン、5-エチル-1, 5-オクタジエン、6-エチル-1, 5-オクタジエン、6-メチル-1, 6-オクタジエン、7-メチル-1, 6-オクタジエン、6-エチル-1, 6-オクタジエン、6-プロピル-1, 6-オクタジエン、6-ブチル-1, 6-オクタジエン、4-メチル-1, 4-ノナジエン、5-メチル-1, 4-ノナジエン、4-エチル-1, 4-ノナジエン、5-エチル-1, 4-ノナジエン、5-メチル-1, 5-ノナジエン、6-メチル-1, 5-ノナジエン、5-エチル-1, 5-ノナジエン、6-エチル-1, 5-ノナジエン、6-メチル-1, 6-ノナジエン、7-メチル-1, 6-ノナジエン、6-エチル-1, 6-ノナジエン、7-エチル-1, 6-ノナジエン、7-メチル-1, 7-ノナジエン、8-メチル-1, 7-ノナジエン、7-エチル-1, 7-ノナジエン、5-メチル-1, 4-デカジエン、5-エチル-1, 4-デカジエン、5-メチル-1, 5-デカジエン、6-メチル-1, 5-デカジエン、5-エチル-1, 5-デカジエン、6-エチル-1, 5-デカジエン、6-メチル-1, 6-デカジエン、6-エチル-1, 6-デカジエン、7-メチル-1, 6-デカジエン、7-エチル-1, 6-デカジエン、7-メチル-1, 7-デカジエン、8-メチル-1, 7-デカジエン、7-エチル-1, 7-デカジエン、8-エチル-1, 7-デカジエン、8-メチル-1, 8-デカジエン、9-メチル-1, 8-デカジエン、8-エチル-1, 8-デカジエン、6-メチル-1, 6-ウンデカジエン、9-メチル-1, 8-ウンデカジエン、6, 10

ジメチル-1, 5, 9-ウンデカトリエン、5, 9-ジメチル-1, 4, 8-デカトリエン、4-エチリデン-8-メチル-1, 7-ノナジエン、13-エチル-9-メチル-1, 9, 12-ペンタデカトリエン、5, 9, 13-トリメチル-1, 4, 8, 12-テトラデカジエン、8, 14, 16-トリメチル-1, 7, 14-ヘキサデカトリエン、4-エチリデン-12-メチル-1, 11-ペンタデカジエン等が挙げられる。

【0015】脂環族非共役ポリエンの具体例としては、ビニルシクロヘキセン、5-ビニル-2-ノルボルネン、5-エチリデン-2-ノルボルネン、5-メチレン-2-ノルボルネン、5-イソプロペニル-2-ノルボルネン、シクロヘキサジエン、ジシクロペンタジエン、シクロオクタジエン、2, 5-ノルボルナジエン、2-メチル-2, 5-ノルボルナジエン、2-エチル-2, 5-ノルボルナジエン、2, 3-ジイソプロピリデン-5-ノルボルネン、2-エチリデン-3-イソプロピリデン-5-ノルボルネン、6-クロロメチル-5-イソプロペニル-2-ノルボルネン、1, 4-ジビニルシクロヘキサン、1, 3-ジビニルシクロヘキサン、1, 3-ジビニルシクロペンタン、1, 5-ジビニルシクロオクタン、1-アリル-4-ビニルシクロヘキサン、1, 4-ジアリルシクロヘキサン、1-アリル-5-ビニルシクロオクタン、1, 5-ジアリルシクロオクタン、1-アリル-4-イソプロペニルシクロヘキサン、1-イソプロペニル-4-ビニルシクロヘキサン、1-イソプロペニル-3-ビニルシクロペンタン、メチルテトラヒドロインデン等が挙げられる。芳香族非共役ポリエンの具体例としては、ジビニルベンゼン、ビニルイソプロペニルベンゼン等が挙げられる。

【0016】上記のオレフィン共重合体ゴムとして好ましくは、エチレン-プロピレン共重合体ゴム、エチレン-プロピレン-非共役ジエン共重合体ゴム、エチレン-1-ブテン-非共役ジエン共重合体ゴム、またはプロピレン-1-ブテン共重合体ゴムである。

【0017】本発明において、架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を製造する場合に使用するゴムとしてはオレフィン共重合体ゴムが好ましく、中でもエチレン-プロピレン-非共役ジエン共重合体ゴムまたはエチレン-プロピレン共重合体ゴムが好ましい。ここで用いられる非共役ジエンとしては、ジシクロペンタジエン、1, 4-ヘキサジエン、シクロオクタジエン、5-メチレン-2-ノルボルネン、または5-エチリデン-2-ノルボルネンが好ましく、中でも5-エチリデン-2-ノルボルネンが好ましい。オレフィン共重合体ゴムとしては、プロピレンから誘導される単位の含有量が10～55重量%、より好ましくは20～40重量%、5-エチリデン-2-ノルボルネンから誘導される単位の含有量が1～30重量%、より好ましくは3～20重量%のエチレン-プロピレン-5-エチリデン-2-ノルボル

ネン共重合体ゴムが特に好ましい（なお、該共重合体に含まれるエチレン、プロピレンおよび5-エチリデン-2-ノルボルネンのそれぞれから誘導される単位の合計が100重量%となるよう選択する）。

【0018】上記オレフィン共重合体ゴムの製造方法は特に限定されず、公知の方法で製造することができる。該製造に用いられる触媒も特に限定されず、触媒として、従来型の固体触媒等のマルチサイト触媒や、メタロセン錯体を用いてなる触媒で例示されるシングルサイト触媒を例示することができる。該オレフィン共重合体ゴムとして、市販のゴムを使ってもよい。

【0019】上記のオレフィン共重合体ゴムの100℃ムーニー粘度（ $ML_{1+4}$  100℃）は、好ましくは30～350、より好ましくは120～350、最も好ましくは140～300である。

【0020】本発明において用いられるゴムや熱可塑性樹脂は、必要により、鉱物油系軟化剤と組み合わせて用いることができる。鉱物油系軟化剤の使用方法については、(i) 鉱物油系軟化剤のみを押出機の任意の箇所から供給する方法でもよいし、(ii) 鉱物油系軟化剤とオレフィン共重合体ゴムとを混合して得られる油展オレフィン共重合体ゴムとして用いる方法でもよい。オレフィン共重合体ゴムの100℃ムーニー粘度（ $ML_{1+4}$  100℃）が30～80の場合は(i)の方法が好ましく、該粘度が80～350の場合は(ii)の方法が好ましい。該粘度が80～170の場合は(i)と(ii)との併用も好ましく実施される。

【0021】本発明において、油展オレフィン共重合体ゴムを用いる場合、該油展オレフィン共重合体ゴムは、通常オレフィン共重合体ゴム100重量部当たり鉱物油系軟化剤を20～150重量部、好ましくは30～120重量部含有するものである。

【0022】上記「鉱物油系軟化剤」とは、得られる熱可塑性エラストマー組成物の加工性や機械的特性を改良する目的で用いられる高沸点の石油留分を意味する。鉱物油系軟化剤として、パラフィン系留分、ナフテン系留分および芳香族系留分を例示することができ、パラフィン系留分が好ましい。芳香族成分の含有量が多い鉱物油系軟化剤は、得られる熱可塑性エラストマー組成物の汚染性が強くなり、得られる熱可塑性エラストマー組成物を透明な製品あるいは明色な製品に適用し難くなった、得られる熱可塑性エラストマー組成物の耐光性が悪化したりするため、好ましくない。

【0023】油展オレフィン共重合体ゴムの製造方法、すなわち、鉱物油系軟化剤とゴムとを混合する方法は特に制限されず、公知の方法を用いることができる。その方法として、(i) ロールやバンバリーミキサーで例示される混練装置を用いて、オレフィン共重合体ゴムと鉱物油系軟化剤とを機械的に混練する方法や、(ii) オレフィン共重合体ゴムと溶媒とからなる溶液に鉱物油系軟

化剤を添加した後、スチームストリッピングで例示される方法によって脱溶媒する方法を例示することができる。油展オレフィン共重合体ゴムの好ましい製造方法は上記(ii)の方法であり、該オレフィン共重合体ゴムと溶媒とからなる溶液として、オレフィン共重合体ゴムの製造で得られるオレフィン共重合体ゴム溶液を用いるのが経済的である。

【0024】本発明で用いる熱可塑性樹脂は、ゴムと共に熔融混練することにより熱可塑性エラストマー組成物となり得る熱可塑性樹脂であり、中でもオレフィン重合体樹脂が好ましい。オレフィン重合体樹脂とはオレフィンを重合して得られる樹脂であり、例えば、エチレン単独重合体；プロピレン単独重合体などの $\alpha$ -オレフィン単独重合体；エチレン-1-ブテン共重合体などのエチレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体；プロピレン-（エチレンおよび／または1-ブテン）共重合体などのプロピレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体；エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-メチルメタアクリレート共重合体などのエチレン系共重合体などが挙げられる。

【0025】これらのオレフィン重合体樹脂の中でも、プロピレン単独重合体および／またはプロピレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体などのアイソタクチック結晶性を有するプロピレン系樹脂が好ましい。ここでいう $\alpha$ -オレフィンとしては、例えば、エチレン、1-ブテン、1-ペンテン、3-メチル-1-ブテン、1-ヘキセン、1-デセン、3-メチル-1-ペンテン、4-メチル-1-ペンテン、1-オクテン等が挙げられる。プロピレン- $\alpha$ -オレフィン共重合体の場合、一般にランダムコポリマーやブロックコポリマーが知られているが、いずれも使用できる。JIS K6758に従い、温度230℃、荷重21.18Nで測定したプロピレン系樹脂のメルトフローレートは好ましくは0.1～100g/10分、より好ましくは0.5～50g/10分の範囲である。

【0026】上記オレフィン重合体樹脂の製造方法は特に制限されず、公知の製造方法であってもよい。該製造に用いられる触媒も特に限定されず、触媒として、従来型の固体触媒等のマルチサイト触媒や、メタロセン錯体を用いて得られる触媒で例示されるシングルサイト触媒を例示することができる。該オレフィン重合体樹脂として、市販の樹脂を使ってもよい。

【0027】また本発明では、1種または2種以上の熱可塑性樹脂を必要に応じて用いることができる。

【0028】本発明におけるゴムと熱可塑性樹脂との使用割合（ゴム／熱可塑性樹脂、重量比）は、架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物の製造については、好ましくは20～95/80～5、より好ましくは35～90/65～10、最も好ましくは60～90/40～10である。非架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物の製造については、好ましくは15～80/85～2

0、より好ましくは、15～50/85～50である。油展オレフィン共重合体ゴムを用いる場合、上記ゴムの使用割合は、油展オレフィン共重合体ゴムの使用割合を意味する。

【0029】本発明の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法は、上記のようなゴムと熱可塑性樹脂とを別々の供給口から押出機に供給して熔融混練する熱可塑性エラストマー組成物の製造方法である。本発明の製造方法で使用するゴムとしては、押出機の供給口から供給できれば粒子状のものでブロック状のもので特に制限はないが、ゴムは通常ボール状の形態で出荷されること等から粒子状のゴムを用いるにはその製造の工程が必要であり煩雑であること、粒子状の互着性ゴムはホッパー中で互着し合って大きな塊になりやすく、定量的なゴムの供給が困難になりやすいこと等のため、本発明の製造方法においてはブロック状ゴムを使用することが好ましい。

【0030】かかるブロック状ゴムとしては体積27cm<sup>3</sup>以上のブロック状ゴムが好ましい。体積27cm<sup>3</sup>以上のブロック状ゴムとしては、1辺3cmの立方体より大きいゴムを例示でき、通常の工場出荷形状であるボール状のゴムや、それを裁断し分割した略立方体状のものが挙げられる。ブロック状ゴムの形状は立方体や直方体に限定されず、不定形であっても良い。入手可能なブロック状ゴムは大き目のものでも通常100,000cm<sup>3</sup>以下程度の大きさであり、また互着性の強いゴムを細かく裁断してもすぐに互着してしまったり、小さなものは取り扱いにくいこと等のため、ブロック状ゴムの大きさとしては100～100,000cm<sup>3</sup>が好ましく、1000～70,000cm<sup>3</sup>がより好ましく、2000～50,000cm<sup>3</sup>がさらに好ましい。なお、かかるブロック状ゴムを使用するに際しては、ホッパー中で互着し合って大きな塊になったり製造や取扱いが煩雑でなければ粒子状ゴムが混在していてもよい。なお、小さなブロック状ゴムや不定形のブロック状ゴム等の体積を測定しにくいゴムについては、水などの液体を満たした容器に該ゴムを沈めて容器からあふれ出た液体の体積を測定する方法等により、体積を求めることができる。

【0031】本発明の製造方法においては、ゴムと熱可塑性樹脂とを別々に押出機に供給することにより、該ゴムの供給量をコントロールする。本発明の製造方法においては、ゴムとしてブロック状ゴムを使用し、押出機に供給した該ブロック状ゴムを押出機で破碎および/または軟化させたのちに、該ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練する方法が好ましく、中でも、該ブロック状ゴムを軟化させたのちに、該ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練する方法がより好ましい。ブロック状ゴムを押出機で破碎および/または軟化させたのちに、該ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練する際には通常、ブロック状ゴムを押出機で破碎および/または軟化させたのちに系外に取り出

すことなく、該ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練する。“系外に取り出すことなく”とは、ブロック状ゴムを押出機に供給し、熱可塑性樹脂と合流するまでの間に、ゴムを一連の装置から取り出し、一旦、保存することがないことを言う。

【0032】本発明の製造方法においては、用いる押出機の台数は特に限定されず、1台の押出機を用いてもよいし、2台以上の押出機を用いてもよい。例えば、

(1) 1台の押出機を用い、その上流側にブロック状ゴムを供給して破碎および/または軟化させ、その下流側に熱可塑性樹脂を供給して両者を合流させ熔融混練する方法、(2) 2台の押出機を用い、第1の押出機にブロック状ゴムを供給して破碎および/または軟化させ、該第1の押出機を第2の押出機の上流側に連結し、連結箇所の下流側に熱可塑性樹脂を供給して両者を合流させ熔融混練する方法、(3) 3台の押出機を用い、第1の押出機にブロック状ゴムを供給して破碎および/または軟化させ、第2の押出機に熱可塑性樹脂を供給して熔融させ、それらの押出機からゴムおよび熱可塑性樹脂を第3の押出機に供給して両者を合流させ熔融混練する方法等が挙げられる。中でも、2台の押出機を使用するのが好ましい。

【0033】図1は、上記の方法(2)の一例を示す図面である。図1において、11は略立方体状のブロック状ゴム、12は第一の押出機、13は第二の押出機、14および15はそれぞれ各押出機の供給口を示す。図1においては、第1の押出機と第2の押出機とは直列に連結されている。供給口14から第1の押出機12にブロック状ゴム11を供給し、該ゴムを破碎および/または軟化し、該ゴムを系外に取り出すことなく、第2の押出機13に供給する。そして、熱可塑性樹脂を供給口15より押出機13に供給し、該ゴムと該熱可塑性樹脂とを熔融混練することにより、非架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を、または該ゴムと該熱可塑性樹脂とを熔融混練する際に動的に架橋することにより架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を、それぞれ製造することができる。

【0034】図1において、第1の押出機12から第2の押出機13にゴムを定量的に移送するために、押出機12の下流側先端部に、公知のギアポンプやスタティックミキサーで例示される装置を付けてもよい。

【0035】本発明の製造方法においてブロック状ゴムを使用する場合、該ゴムの供給箇所のスクリーが異方向に回転する2軸である押出機を用い、ブロック状ゴムを該異方向に回転する2本のスクリーの隙間に噛みこませる方法が好ましい。ここで“該ゴムの供給箇所のスクリー”とは、例えば図1における供給口14の下方の位置のスクリーである。

【0036】図2は、図1の供給口14の下方に位置するスクリーおよびバレルの一例を示す図面である。図

2において、16および17はそれぞれスクリューの軸、18および19はそれぞれスクリューのフライト、20および21はそれぞれバレルを示しており、2本のスクリュー、即ち、軸16とフライト18からなるスクリューと軸17とフライト19からなるスクリューは、異方向に回転する。そして、ブロック状ゴム11を、2本のスクリューの隙間に供給することにより、ブロック状ゴム11を、スクリューの回転とともに、引き込ませることができ、押出機12にブロック状ゴム11を安定に供給することができる。

【0037】この様な押出機としては、例えば、異方向回転2軸押出機、あるいは、2軸1軸押出機が挙げられる。2軸1軸押出機とは、押出機の上流側が異方向に回転する2軸、下流側が1軸になっている押出機である。

【0038】異方向回転2軸押出機、2軸1軸押出機のスクリューの2本のスクリューの配置については、スクリューを平行に配置させたものでもよいし、あるいは、斜行型2軸押出機のように、2本のスクリューを斜目に配置させたものであってもよい。なかでも、ブロック状ゴムを安定的に供給するという観点からは、2本のスクリューを平行に配置させたものが好ましい。

【0039】さらに、ブロック状ゴムを2本のスクリューの隙間に噛み込ませるための補助手段として、プッシャー等の付帯設備を用いても良い。プッシャーにより、ブロック状ゴムを2本のスクリューの隙間に押し込むことにより、ブロック状ゴムを押出機により安定して供給することができる。

【0040】本発明では、ブロック状ゴムとして、例えばボールに代表される略直方体状ゴムを用いる場合には、2本のスクリューの隙間へのブロック状ゴムの噛み込みの安定性という観点から、略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが2本のスクリューの軸間距離より短いことが好ましい。

【0041】図1において、 $L_1$ 、 $L_2$  および  $L_3$  は略直方体状ゴム11の3辺の長さである。そして、2本のスクリューの軸間距離とは、2本のスクリュー軸の中心間距離のことであり、図2における  $L_4$  がそれに相当する。略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが2本のスクリューの軸間距離より短いとは、 $L_1$ 、 $L_2$  および  $L_3$  のいずれかが、 $L_4$  より短いことである。即ち、 $L_1 < L_4$ 、 $L_2 < L_4$  または  $L_3 < L_4$  のいずれかであれば良い。

【0042】2本のスクリューの軸間距離が一義的に決まらない押出機（例えば、2本のスクリューが斜めに配置された斜行型2軸押出機）を用いる場合における該2本のスクリューの軸間距離としては、ブロック状ゴム供給部の2本のスクリューの軸間距離の最大値を採用し、略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが該最大値よりも短いことが好ましい。

【0043】また本発明では、ブロック状ゴムとして略

直方体状ゴムを用いる場合には、2本のスクリューの隙間へのブロック状ゴムの噛み込みの安定性という観点から、略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さがスクリューのリードより短いことが好ましい。

【0044】図2において、 $L_5$  がスクリューのリードを示している。そして、略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが、スクリューのリードより短いとは、 $L_1$ 、 $L_2$  および  $L_3$  のいずれかが、 $L_5$  より短いことである。即ち、 $L_1 < L_5$ 、 $L_2 < L_5$  または  $L_3 < L_5$  のいずれかであれば良い。

【0045】さらには、ブロック状ゴムとして略直方体状ゴムを用いる場合には、略直方体状ゴムの3辺のうち少なくとも1辺の長さが2本のスクリューの軸間距離より短く、略直方体状ゴムの他の少なくとも1辺の長さがスクリューのリードより短いことがさらに好ましい。図1における  $L_1$ 、 $L_2$  および  $L_3$  が  $L_1 < L_2 < L_3$  の関係にあるとき、例えば、 $L_1 < L_4$  かつ  $L_2 < L_5$  を満足する場合や、 $L_1 < L_5$  かつ  $L_2 < L_4$  を満足する場合などである。

【0046】本発明の製造方法においては、熱可塑性樹脂の供給は、ベルトフィーダー型、スクリューフィーダー型などの公知の供給装置を用いて供給口から押出機へ供給することができる。また、熱可塑性樹脂の供給箇所については、1箇所であっても良いし、2箇所以上であっても良い。

【0047】本発明の製造方法では、ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練する際に動的架橋を実施することもできる。図3は、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂とを熔融混練して動的に架橋し、架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を製造する方法の好ましい一態様を示す図面である。図3において、22は略直方体状のオレフィン共重合体ゴム、23は第1の押出機、24は第2の押出機、25、26および27はそれぞれ供給口、28は揮発ガスを押出機の外に排出するためのベント口、29はオレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂とを熔融混練する分散部、30は動的架橋部である。

【0048】略直方体状のオレフィン共重合体ゴム22を供給口25から押出機23に供給し、押出機23で破碎および／または軟化させ、該破碎および／または軟化させたオレフィン共重合体ゴムを押出機24に供給する。一方、供給口26より、ベルトフィーダー型やスクリューフィーダー型などの公知の供給装置を用い、押出機24にオレフィン重合体樹脂を供給する。そして、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂を分散部29で熔融混練し、供給口27より架橋剤を供給して、動的架橋部30で動的に架橋する。

【0049】押出機24としては、混練性能向上機能を有するデザインのスクリューまたはローター等が装着された、単軸押出機、2軸押出機、3軸以上の多軸押出機

を用いることができる。混練性能向上を有するデザインとしては、単軸押出機では、ダルメージ、ピン、多条フライト等があり、2軸押出機では、ニーディングディスク、ローター等が挙げられる。市販されているこのようなタイプの押出機として単軸押出機としては、ブスコニード（Buss社）、2軸押出機としては、ZSK型（W&P社）、TEX型（日本製鋼所）、TEM型（東芝機械社）、KTX型（神戸製鋼所）、ミクストロンLCM型（神戸製鋼所）等が例示される。本発明では、これらの中でも、生産性の観点から、2軸押出機が単軸押出機より好ましい。さらに、2軸押出機の中でも、長期運転した場合にかじりが発生しないという観点から、同方向回転のものが異方向回転のものより好ましい。

【0050】本発明の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法の一態様としては、オレフィン共重合体ゴムのベールもしくはそれを分割したものを、供給部のスクリュウが2軸であり、その2本のスクリュウが異方向に回転し、かつ2本のスクリュウの軸間距離が該オレフィン共重合体ゴムのベールもしくはそれを分割したものの3辺のうちの少なくとも1辺より長い第1の押出機に供給し、該第1の押出機で該オレフィン共重合体ゴムを軟化し、該オレフィン共重合体ゴムを第1の押出機から他の押出機に供給し、該他の押出機でオレフィン共重合体ゴムおよびオレフィン重合体樹脂を動的に架橋する熱可塑性エラストマー組成物の製造方法が好ましい。さらに、該第1の押出機が、オレフィン共重合体ゴムのベールもしくはそれを分割したものの3辺から、該第1の押出機の供給部の2本のスクリュウの軸間距離より短い1辺を除いた2辺のうちの少なくとも1辺より、スクリュウのリードが長い押出機であることが好ましい。

【0051】動的に架橋する際に用いられる架橋剤としては、ゴムを架橋し得るものが好ましく用いられる。例えば、有機過酸化物、硫黄、フェノール樹脂等を用いることができる。なかでも、有機過酸化物が好ましい。

【0052】架橋剤の供給箇所は特に限定されるものではないが、図3に示す様に、押出機24の分散部29でオレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂をまず熔融混練し、その後、供給口27より架橋剤を供給し、動的架橋部30でオレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂を動的に架橋するのが好ましく、特に、架橋剤として有機過酸化物を用いる場合に好適である。

【0053】架橋速度の遅い架橋剤を用いる場合は、押出機24の分散部29で、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂と架橋剤をまず熔融混練し、押出機24の動的架橋部30で、架橋促進剤を添加し動的に架橋するといった方法も使用でき、特に、架橋剤としてメチルフェノール系硬化剤樹脂、架橋促進剤として塩化第1錫を用いる場合に好ましい。

【0054】本発明で用いられる架橋剤は、液状であってもよいし粉体状であってもよく、液体の架橋剤が好ま

しい。優れた熱可塑性エラストマー組成物を得るという観点から、架橋剤の分散性を良くすることは非常に重要である。架橋剤の分散性を良くするために、架橋剤を、架橋反応に不活性な無機フィラー、鉱物油および溶剤で例示される希釈剤と組み合わせて用いることが好ましい。希釈剤の取扱いの容易さや、得られる熱可塑性エラストマー組成物に対する希釈剤の影響が実質上ないという観点から、パラフィン系オイルは好ましい希釈剤である。そして、この架橋剤は、液状の場合には定量ポンプにより、また、粉状の場合には定量フィーダーを用いることにより、押出機へ供給することができる。

【0055】有機過酸化物の架橋剤として、例えば、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルパーオキシ)ヘキサン、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルパーオキシ)ヘキシン-3, 1, 3-ビス(tert-ブチルパーオキシイソプロピル)ベンゼン、1, 1-ジ(tert-ブチルパーオキシ)3, 5, 5-トリメチルシクロヘキサン、2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(パーオキシベンゾイル)ヘキシン-3、ジクミルパーオキシド等を用いることができる。これらの中では臭気性やスコッチ性の点で、特に2, 5-ジメチル-2, 5-ジ(tert-ブチルパーオキシ)ヘキサンが好ましい。

【0056】架橋剤の添加量は、ゴムと熱可塑性樹脂との合計100重量部に対して通常0.005～5重量部、好ましくは0.01～4重量部の範囲で選ばれる。0.005重量部未満では、架橋反応の効果が小さいことがあり、5重量部を越えると反応の制御が難しくなることがあり、また経済的にも有利ではない。

【0057】有機過酸化物は、架橋助剤と組み合わせて用いてもよい。架橋助剤の押出機への供給箇所は、架橋剤を供給する箇所より上流側の箇所、あるいは架橋剤を供給する箇所と同じ箇所が好ましい。架橋助剤として、N, N'-m-フェニレンビスマレイミド、トルイレンビスマレイミド、p-キノンジオキシム、ニトロベンゼン、ジフェニルグアニジン、トリメチロールプロパン、ジビニルベンゼン、エチレングリコールジメタクリレート、ポリエチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレートおよびアリルメタクリレートを例示することができる。架橋剤を架橋助剤と組み合わせて用いることにより、均一かつ緩和な架橋反応を進行させることができ、その結果、得られる熱可塑性エラストマーの機械的特性を向上させることができる。

【0058】架橋助剤の添加量はゴムと熱可塑性樹脂との合計100重量部に対して通常0.01～4重量部、好ましくは0.05～2重量部である。0.01重量部未満では効果が現れ難く、4重量部を越えると経済的には有利ではない。

【0059】分散部29および動的架橋部30は、混練性能向上機能を有するようにデザインされたスクリュウ



あるいはローター等を有していることが望ましい。分散部29や動的架橋部30として、例えば2軸押出機を用いる場合、順送りニーディングディスク、逆送りニーディングディスクおよび直交ニーディングディスクで例示されるディスクを組み合わせて使用することができる。

【0060】分散部29の温度は、少なくとも熱可塑性樹脂を熔融させ得る温度である。この温度が高過ぎると次の工程である動的架橋をコントロールし難いので、必要最小限の低い温度であることが望ましい。例えば、熱可塑性樹脂としてポリプロピレンを用いる場合、この温度として140～250℃が好ましい。

【0061】ゴムは、軟化した状態で押出機24に移送されるのが好ましいが、押出機24に移送される時点でのゴムの温度は、好ましくは80～200℃、より好ましくは120～180℃である。この温度が80℃未満であると、ゴムが充分軟化していないので、ゴムを安定的に押出機24へ移送し難い。逆に、この温度が200℃を超えると、押出機24でゴムと熱可塑性樹脂とが充分に混練されなかったり、次の工程である動的架橋をコントロールし難かったりする。

【0062】動的架橋部30における最大せん断速度は、500sec<sup>-1</sup>～2000sec<sup>-1</sup>未満が好ましく、1000sec<sup>-1</sup>～1900sec<sup>-1</sup>がより好ましい。最大せん断速度は、バレルとスクリーとの間の最小隙間、バレル内径およびスクリー回転数から求められる値である。

【0063】動的架橋部30の設定温度は、使用する架橋剤の種類にもよるが、有機過酸化物を架橋剤として使用する場合、有機過酸化物は押出機24の出口(図3の右端の部分)においてほぼ完全に消費されていることが重要であるという観点から、好ましくは150℃以上、より好ましくは150～300℃である。また、動的架橋部30における混練物の好ましい温度範囲は180～290℃、さらに好ましくは200～280℃である。該混練物の温度が300℃近くになると、熱による混練物の分解、劣化または過度の架橋反応が起こり易くなり、その結果、得られる熱可塑性エラストマーの着色や外観不良の原因となる。

【0064】動的架橋部30における混練物の滞留時間は、押出機24の大きさ、動的架橋部30の温度、用いられる反応剤等により異なるが、少なくとも10秒以上、3分未満が好ましい。

【0065】追加の熱可塑性樹脂を動的架橋後に投入しても良い。

【0066】本発明においては、必要により無機充填剤、酸化防止剤、耐候剤、帯電防止剤、滑剤、着色顔料等を添加して用いることができる。架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を製造する場合においては、架橋反応を阻害しない限り、使用する押出機のどの箇所から供給しても良い。

【0067】本発明においては、アンダーウオーターカット、コールドカット、ホットカットなどの公知の手段を用いることにより、架橋タイプや非架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物をペレットで得ることができる。

【0068】ペレット状の熱可塑性エラストマー組成物は、必要に応じて、そのペレットの表面に互着防止剤を付着させることができる。互着防止剤として、タルク、炭酸カルシウムおよびシリカで例示される無機系の粉末や、オレフィン重合体樹脂で例示される粉末を例示することができ、エチレン重合体樹脂からなる粉末が好ましい。

【0069】本発明の熱可塑性エラストマー組成物は耐フォギング性に優れた熱可塑性エラストマー組成物であり、ISO6452の規定に準じた装置を用い、加熱温度を100℃とし、加熱後20時間後に測定したガラス板のヘイズが2%以下の熱可塑性エラストマー組成物である。なお、本発明においては、フォギング試験前のヘイズ値が0.5%以下のガラス板を用いることとする。

【0070】上記の方法で測定したヘイズが2%以下の熱可塑性エラストマー組成物は、自動車内装部品、特にインストルメントパネルに好適である。かかる耐フォギング性に優れた本発明の熱可塑性エラストマー組成物は、ゴムと熱可塑性樹脂とを熔融混練して得られる熱可塑性エラストマー組成物であることが好ましく、その場合のゴムとしては上述のオレフィン共重合体ゴムが好ましく、また熱可塑性樹脂としては上述のオレフィン重合体樹脂が好ましい。本発明の熱可塑性エラストマー組成物は、既に述べた本発明の熱可塑性エラストマー組成物の製造方法で製造される。

【0071】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づき説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものでない。

【0072】耐フォギング性は、ISO6452に準じた装置を用いてフォギング試験を行ったガラス板のヘイズ値で表し、該ヘイズ値はJIS K7105に準拠して測定した。ここで、ISOとはInternational Organization for Standardization(国際標準化機構)を意味し、ISO6452の規定に準じた装置として、図4に示す装置を用いた。図4で、31がオイルバス、32がオイル、33がガラス板、34が温度コントロール付冷却板、35が内径90mmφのビーカー、36がシリコンゴム製環状パッキンである。なお、オイルバス31の内壁とビーカー35の外壁との間のクリアランスは40mmである。一方、37がサンプル、38、39がクロムメッキを施した金属リングである。なお、フォギング試験前のガラス板33のヘイズ値は0.3%であった。

【0073】耐フォギング性の測定において、オイルバス31は100±2℃、冷却板34は20±2℃の温度

範囲で調整され、サンプル37は80mmφ×1mmと  
とする。サンプル37を20時間ビーカー35内で加熱  
し、取り出した後、23±2℃、50%RHの環境下で  
1±0.1時間後にガラス板33のヘイズ値をJISK  
7105に準拠して測定し、この値を耐フォギング性  
とした。

【0074】図5に実施例で使用した装置構成図を示  
す。図5において、40は、約130mm×約150mm  
×約330mmの略直方体状の油展エチレン-プロピ  
レン-5-エチリデン-2-ノルボルネン共重合体ゴ  
ム、41は供給口、42および43はそれぞれ押出機、  
44および45はそれぞれ供給口、46は揮発ガスを押  
出機43の外に排出するためのベント口、47、48、  
49および50はそれぞれニーディングディスクを用い  
たゾーンを示している。ここで、ゾーン47は分散部  
であり、ゾーン48～50は動的架橋部である。

【0075】次に、押出機42および43の構成、なら  
びに運転条件について説明する。

(1) 押出機42: バレル径=230mm、L/D=  
5、シリンダーブロック数=2、スクリュウの軸間距離  
=207mmの異方向回転2軸押出機である。以下、各  
シリンダーブロックを押出機42の上流側からC1、C  
2とする。ゴムを供給するための供給口41が、C1に  
設けられており、供給口41の下方のスクリュウのリー  
ドは287.5mmであった。なお、ゴムを押出機に供  
給するための補助手段として、プッシャー(図示してい  
ない)が設置されている。スクリュウ回転数は13.5  
rpm、シリンダー設定温度はC1/C2=170℃/  
170℃であった。

【0076】(2) 押出機43: バレル径=120mm、  
L/D=42、シリンダーブロック数=12の同方向回  
転2軸押出機である。以下、各シリンダーブロック  
を押出機43の上流側から、C1、C2、C3、・・・  
・・・、C10、C11、C12とし、また、ダイ部をD  
とする。熱可塑性樹脂および各種添加剤を供給するた  
めの供給口44がC2に、架橋剤を供給するための供給口  
45がC6に設けられている。スクリュウ回転数は120  
rpm、シリンダーおよびダイ部の設定温度は、C1/  
C2/C3/C4/C5/C6/C7/C8/C9/  
C10/C11/C12/D=160/160/160/  
140/140/140/160/180/200/  
200/160/160/240℃であった。

【0077】大きさが約150mm×約660mm×約  
330mm、重量が25kgのバール状の油展エチレン  
-プロピレン-5-エチリデン-2-ノルボルネン共重  
合体ゴム(住友化学工業(株)製;商品名 エスプレ  
ン670F)を、裁断機により5分割し、約130mm×  
約150mm×約330mmの略直方体状のブロック状  
ゴム40を得た。次に、これを供給口41より押出機4  
2に供給して軟化させ、軟化したゴムを押出機43に5

30kg/hrで供給した。

【0078】一方、供給口44より、ポリプロピレン  
(住友化学工業(株)製;商品名 ノーブレンY501  
N、MFR(JISK6758に従い、温度230℃、  
荷重21.18Nで測定した値)=13g/10分)、  
および添加剤混合物を、各々定量フィーダーを通して押  
出機43に供給した。供給量は、ポリプロピレンが8  
6.4kg/hr、添加剤混合物が7.48kg/hr  
であった。ここで、添加剤混合物とは、架橋助剤(住友  
化学工業(株)社製;商品名 スミファインBM)/酸  
化防止剤(住友化学工業(株)社製;商品名 スミライ  
ザーBP101)=0.9/0.25重量比より成る混  
合物であった。

【0079】そして、ニーディングディスクを用いたゾ  
ーン47で、油展エチレン-プロピレン-5-エチリデ  
ン-2-ノルボルネン共重合体ゴム、ポリプロピレン、  
添加剤混合物を混練した。

【0080】さらに、供給口45より、2,5-ジメチ  
ル-2,5-ジ(tert-ブチルパーオキシ)ヘキサンを鉱  
物油系オイル(出光興産製;商品名 ダイアナプロセス  
オイルPW380)で10重量%に希釈したものを、プ  
ランジャーポンプを用い、20.9kg/hrで押出機  
43に供給した。

【0081】そして、ニーディングディスクゾーン4  
8、49および50で、動的架橋を行った。アンダーウ  
ォーターカッターを用いてペレット化し、オレフィン系  
熱可塑性エラストマー組成物のペレットを得た。

【0082】得たペレットを200℃に温調したプレス  
機で、2分間プレスして、厚さ1mmのシートを得た。  
プレスの圧力は10MPaとした。そして、得たシート  
を切り抜き、80mmφ×1mmのサンプルを得て、耐  
フォギング性の評価を行った。その結果、ガラス板のヘ  
イズ値は0.4%であった。

【0083】

【発明の効果】以上、詳述したように、本発明によれ  
ば、ゴムと熱可塑性樹脂を熔融混練して熱可塑性エラス  
トマー組成物を製造する熱可塑性エラストマー組成物の  
製造方法において、互着性の強いゴムを用いる場合でも  
ゴムを押出機に安定に供給でき、かつ、経済性に優れ、  
組成比の均一な熱可塑性エラストマー組成物の製造方法  
が提供される。さらには、ゴムとしてブロック状ゴムを  
用いることにより、さらに安定的にゴムを押出機に供給  
でき、簡便に組成比の均一な熱可塑性エラストマー組成  
物を製造する方法が提供される。また本発明によれば、  
インストルメントパネル(ダッシュボード)などの自動  
車内装部品用途で必要とされる耐フォギング性に優れた  
熱可塑性エラストマー組成物が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施態様の一例を示す図面であり、2  
台の押出機を用いて、熱可塑性エラストマー組成物を製

造する一例を示す図面である。

【図2】図1の押出機の供給口14の下方に位置するスクリーおよびバレルの一例を示す図面である。

【図3】本発明の実施態様の一例を示す図面であり、オレフィン共重合体ゴムとオレフィン重合体樹脂とを溶融混練して動的に架橋し、架橋タイプの熱可塑性エラストマー組成物を製造する方法の好ましい一態様を示す図面である。

【図4】ISO6452の規定に準じたフォギングのサイズの測定装置の断面図である。

【図5】本発明の実施例で使用した装置構成を示す図面である。

#### 【符号の説明】

$L_1$ 、 $L_2$ 、 $L_3$ ・・・略直方体状ゴムの1辺の長さ

$L_4$ ・・・2本のスクリーウの軸間距離

$L_5$ ・・・スクリーウのリード

11、22、40・・・略直方体状のゴム

12、13、23、24、42、43・・・押出機

14、15、25、26、27、41、44、45・・・供給口

16、17・・・スクリーウの軸

18、19・・・スクリーウのフライト

20、21・・・バレル

28、46・・・ベント口

29、47・・・分散部

30、48、49、50・・・動的架橋部

31・・・オイルバス

32・・・オイル

33・・・ガラス板

34・・・温度コントロール付き冷却板

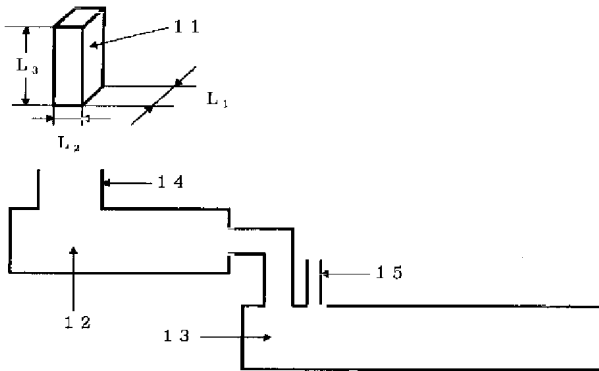
35・・・ピーカー

36・・・シリコンゴム製環状パッキン

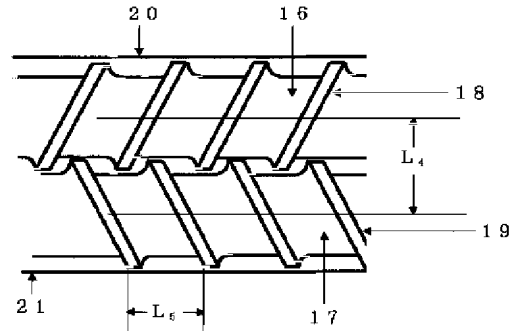
37・・・サンプル

38、39・・・金属リング

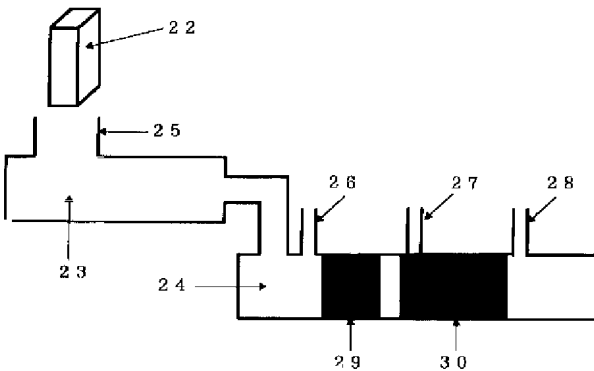
【図1】



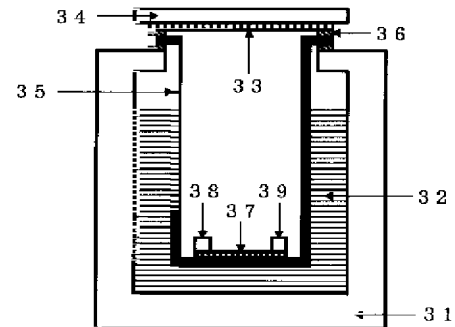
【図2】



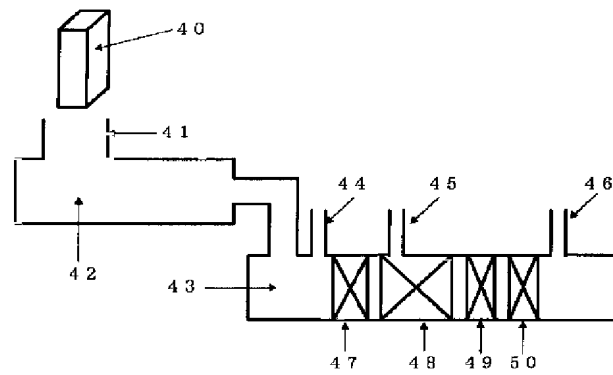
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 8 L 23/00

101/00

// B 2 9 K 21:00

23:00

識別記号

F I

C 0 8 L 23/00

101/00

(参考)